

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-053729
(43)Date of publication of application : 24.02.1998

(51)Int.Cl.

C09D 5/03

(21)Application number : 09-133150
(22)Date of filing : 23.05.1997

(71)Applicant : NIPPON PAINT CO LTD
(72)Inventor : HAYASHIDA SHIGEO

(30)Priority

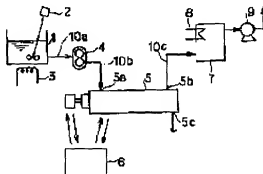
Priority number : 08144539 Priority date : 06.06.1996 Priority country : JP

(54) PRODUCTION OF POWDER COATING MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a powder coating material which can form a coating film improved in smoothness, finish appearance and blocking resistance by mixing materials for forming a powder coating material with a solvent in which the binder resin is soluble and heating the resulting mixture in a vacuum to evaporate the solvent from the solution.

SOLUTION: A mixture for forming a powder coating material, containing a resin binder, a curing agent insoluble in the solvent and a pigment insoluble in the solvent and a solvent in which the binder resin is soluble are fed into a resin solution preparation tank 1 and mixed with each other under heating to obtain a resin solution having a nonvolatile matter concentration of 20-90wt.%. This solution is fed through feed conduits 10a and 10b into the inlet 5a of a continuous vacuum desolventation apparatus 5 by a feed pump 4 and desolventated by heating in a vacuum under agitation to obtain a powder coating material having a nonvolatile matter concentration of 98.5wt.% or above. Next, this material is ground to a means particle size of 5-30 μ m.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2000 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-53729

(43)公開日 平成10年(1998) 2月24日

(51)Int.Cl.⁸
C 0 9 D 5/03

識別記号 庁内整理番号

F I
C 0 9 D 5/03

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平9-133150

(22)出願日 平成9年(1997)5月23日

(31)優先権主張番号 特願平8-144539

(32)優先日 平8(1996)6月6日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000230054

日本ベイント株式会社

大阪府大阪市北区大淀北2丁目1番2号

(72)発明者 林田 茂男

大阪府寝屋川市池田中町19番17号 日本ベ

イント株式会社内

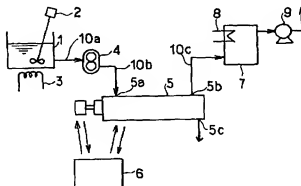
(74)代理人 弁理士 目次 誠 (外1名)

(54)【発明の名称】 粉体塗料の製造方法

(57)【要約】

【課題】 塗膜の平滑性及び仕上り外観に優れ、かつブロッキング性に優れた粉体塗料を製造する。

【解決手段】 粉体塗料用原料に少なくとも樹脂バインダーを溶解する溶媒を添加し混合した後、連続式減圧脱溶剤装置5に投入し、減圧下に攪拌しながら加熱することにより、不揮発分濃度が98.5重量%以上となるまで溶剤を蒸発させて除去し、これを粉碎することを特徴としている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 樹脂バインダーを含有する粉体塗料用原料から粉体塗料を製造する方法であって、

前記粉体塗料用原料に少なくとも前記樹脂バインダーを實質的に溶解する溶剤を添加し混合する工程と、

前記溶剤を添加した前記粉体塗料用原料を連続式減圧脱溶剤装置に投入し、減圧下に攪拌しながら加熱することにより、不揮発分濃度が98.5重量%以上となるまで前記溶剤を蒸発させて除去する工程と、

前記溶剤を除去した前記粉体塗料用原料を粉砕する工程とを備える粉体塗料の製造方法。

【請求項2】 前記連続式脱溶剤装置に投入する前に、前記溶剤を添加した前記粉体塗料用原料を湿式分散する工程をさらに備える請求項1に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項3】 前記粉体塗料用原料が前記樹脂バインダーを硬化させるための硬化剤を含有しており、該硬化剤が前記溶剤に實質的に溶解する請求項1または2に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項4】 前記粉体塗料用原料が前記樹脂バインダーを硬化させるための硬化剤を含有しており、該硬化剤が前記溶剤に實質的に溶解しない請求項1または2に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項5】 前記粉体塗料用原料が前記溶剤に實質的に溶解しない原料を含有している請求項1～4のいずれか1項に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項6】 前記粉体塗料用原料が原料を含有していないクリア塗料用の原料である請求項1～4のいずれか1項に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項7】 前記溶剤を添加した前記粉体塗料用原料の不揮発分濃度が20～90重量%である請求項1～6のいずれか1項に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項8】 前記溶剤を添加した前記粉体塗料用原料の不揮発分濃度が30～80重量%である請求項1～6のいずれか1項に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項9】 前記溶剤を添加した前記粉体塗料用原料を、前記連続式減圧脱溶剤装置に投入する前に予備加熱する工程をさらに備える請求項1～8のいずれか1項に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項10】 前記連続式減圧脱溶剤装置が、複数のスクリュウバルドを噛み合うように配置し、被処理物をスクリュウバルドのすき間に保持し、各スクリュウバルドを回転させることによって被処理物を押出しながら攪拌し加熱する装置である請求項1～9のいずれか1項に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項11】 前記連続式減圧脱溶剤装置が、タンデムに配置された複数の脱溶剤装置から構成されている請求項1～10のいずれか1項に記載の粉体塗料の製造方法。

【請求項12】 前記粉砕工程が、平均粒子径5～30

μmに微粉砕する工程である請求項1～11のいずれか1項に記載の粉体塗料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粉体塗料の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】粉体塗料は、溶剤を全く使用していないことから、大気汚染防止などの立場から好ましい塗料である。このため、その研究開発が近年盛んに進められており、その一部が実用化されている。粉体塗料のバインダー樹脂としては、室温で固体の熱硬化性樹脂が用いられ、具体的にはポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂などが用いられている。

【0003】粉体塗料の一般的な製造方法は、このようなバインダー樹脂に、硬化剤及び必要に応じて顔料その他の添加剤を混合し、溶融混練した後、冷却し、これを粉砕及び分級する方法である。なお溶融混練の温度は、バインダー樹脂の硬化反応が生じないような低い温度で行われており、通常100～120℃程度の温度である。

【0004】このような従来の粉体塗料においては、塗膜の平滑性及び仕上り外観が良好でないという問題があった。このような塗膜の平滑性及び仕上り外観は、硬化剤及び添加剤などをより微細に粉砕して添加することにより若干改善されるが、十分に満足され得る平滑性及び仕上り外観ではなく、また微粉砕の工程が必要となるため、製造コストが上昇するという問題を生じる。

【0005】一方、特開平5-311096号公報では、短時間に調色を行うこと等を目的として、塗料用原料を溶剤の存在下で混合した分散ペーストを用い、この分散ペーストを乾燥させることによって粉体塗料を製造する方法が開示されている。しかしながら、このような方法で粉体塗料を製造した場合に、ブロッキング性が良くない粉体塗料が得られる場合があった。また、このような方法で得られる粉体塗料は、従来の溶融混練で製造される粉体塗料に比べると、塗膜の平滑性及び仕上り外観において優れているが、市場においてはさらに良好な平滑性及び仕上り外観が要望されている。

【0006】本発明の目的は、塗膜の平滑性及び仕上り外観が良好であり、かつブロッキング性に優れた粉体塗料を製造する方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明の製造方法は、樹脂バインダーを含有する粉体塗料用原料から粉体塗料を製造する方法であり、粉体塗料用原料に少なくとも樹脂バインダーを實質的に溶解する溶剤を添加し混合する工程と、溶剤を添加した粉体塗料用原料を連続式減圧脱溶剤装置に投入し、減圧下に攪拌しながら加熱することに

より不揮発分濃度が98.5重量%以上となるまで溶剤を蒸発させて除去する工程と、溶剤を除去した粉体塗料用原料を粉砕する工程とを備えている。

【0008】本発明に従う好ましい実施形態においては、連続式減圧脱溶剤装置に投入する前に、溶剤を添加した粉体塗料用原料を湿式分散する工程をさらに備える。このような湿式分散の工程は、粉体塗料用原料が溶剤に実質的に溶解しない硬化剤及び/または顔料等を含む場合に好ましい。このような湿式分散により、従来の溶融混練の場合に比べ、硬化剤及び/または顔料等をより良好な状態で均一分散させることができる。このような湿式分散としては、ミルを用いた湿式分散が好ましい。

【0009】本発明においては、溶剤を添加した粉体塗料用原料を連続式減圧脱溶剤装置に投入し、減圧下に攪拌しながら加熱することにより不揮発分濃度が98.5重量%以上、より好ましくは99.0重量%以上となるまで溶剤を蒸発させて除去する。不揮発分濃度がこれらの値より低いと、本発明の効果であるフロッキング性の向上が得られない傾向にある。

【0010】本発明において粉体塗料用原料に添加される溶剤は、少なくとも樹脂バインダーを実質的に溶解する溶剤であり、一般的には有機溶剤が用いられる。粉体塗料用原料は、一般に樹脂バインダーと、樹脂バインダーを硬化させるための硬化剤が含有されており、必要に応じて顔料その他の添加剤が含有されている。本発明で用いられる溶剤は、このような硬化剤またはその他の添加剤を実質的に溶解するものであってもよいし、実質的に溶解しないようなものであってもよい。本発明において「実質的に溶解する」とは、本発明における一般的な使用量において、沈殿物を生じることなく溶媒に溶解する状態をいう。従って、必ずしも透明な状態で溶解する必要はない。

【0011】本発明の製造方法により製造される粉体塗料は、顔料を含有した粉体塗料であってもよいし、顔料を含有していないクリア塗料用の粉体塗料であってもよい。本発明において用いられる粉体塗料用原料の樹脂バインダーは、室温で固体である熱硬化性樹脂が一般的であり、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂、それらの組合せなどがその代表例である。耐水性が要される用途に対してはアクリル樹脂が好ましい。

【0012】ポリエステル樹脂は、エチレングリコール、プロパンジオール、ペンタンジオール、ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等の多価アルコールと、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、セバシン酸、 β -オキシプロピオン酸のカルボン酸を縮重合反応させたものが挙げられる。

【0013】エポキシ樹脂は、分子内に2個以上のオキ

シラン基を持つ高分子化合物で、グリシジルエステル樹脂、ビスフェノールAとエポクロロヒドリンとの縮合反応物を代表とするグリシジルエーテル型樹脂、脂環式エポキシ樹脂、線状脂肪族エポキシ樹脂などが挙げられる。

【0014】アクリル樹脂は、スチレン、アクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸iso-ブチル、アクリル酸tert-ブチル、グリシジルアクリレート、グリシジルメタクリレート、2-メチルグリシジルメタクリレート、メタクリル酸2-エチドキシエチル等のモノマーを通常の方法で重合させたものが挙げられる。

【0015】これら塗膜形成成分としての熱硬化性樹脂は、ガラス転移点(T_g)が40〜70℃のものが好ましい。これよりT_gが低いと粉砕時の発熱により、粉砕機に樹脂粒子が附着して製造が困難となる場合がある。またT_gが高いと良好な表面平滑性を得ることが困難となる場合がある。

【0016】硬化剤は、バインダー樹脂のもつ官能基種に応じて適宜選択される。例えば、ポリエステル樹脂の場合は多塩基酸、メラミン樹脂のようなアミノ/プラスト樹脂、ブロックイソシアネートなどが使用され、エポキシ樹脂の場合は無水多価カルボン酸、ジシアジミド、アクリル樹脂など使用され、アクリル樹脂の場合は多価カルボン酸、エポキシ樹脂、アミノプラスト樹脂などが使用される。

【0017】顔料としては、例えば、二酸化チタン、ベンガラ、酸化鉄、カーボンブラック、フタロシアンブルー、フタロシアニングリーン、キナドン系顔料、アゾ系顔料等の着色顔料、タルク、炭酸カルシウム、沈降性硫酸バリウムなどの体質顔料が挙げられる。

【0018】必要に応じて添加される他の添加剤としては、ポリシロキサン、アクリル樹脂等の表面調整剤、可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、ワキ防止剤、顔料分散剤、硬化促進剤(または硬化触媒)、ベンゾイン類などが挙げられる。

【0019】本発明において、粉体塗料用原料に添加する溶剤として、硬化剤を実質的に溶解するような硬化剤を用いる場合には、溶剤の除去工程において溶剤を除去することにより、硬化剤が樹脂バインダー中に析出する。このようにして析出した硬化剤は、非常に微細であり、かつ均一に分散されているので、塗膜を形成した際に、硬化収縮の不均一が少なくなり、さらに優れた平滑性及び仕上り外観を得ることができる。

【0020】本発明において、粉体塗料用原料に添加する溶剤の量は、特に限定されるものではないが、例えば溶剤を添加した粉体塗料用原料の不揮発分濃度が20〜90重量%となるような幅広い範囲で選択することができる。粉体塗料用原料中に溶剤に実質的に溶解しないような硬化剤または顔料等が含有される場合には、その取

り扱いや湿式分散における分散性などの観点から、30～80重量％程度の不揮発分濃度となるように溶剤を添加することが好ましく、さらには30～59重量％が好ましい。

【0021】また、本発明においては、連続式減圧脱溶剤装置に、溶剤を添加した粉体塗料用原料を投入する前に、溶剤を添加した粉体塗料用原料を予備加熱しておくことが好ましい。予備加熱の温度の下限値としては、室温以上、好ましくは30℃以上あるいは40℃以上の温度であり、上限値は大気圧における有機溶剤の沸点以下の温度である。

【0022】本発明において用いられる連続式減圧脱溶剤装置は、減圧下に攪拌しながら加熱することにより有機溶剤を揮発させて除去し乾燥することができる装置であればよいが、具体的には、複数のスクリーバドルを噛み合うように配置し、被処理物をスクリーバドル間のすき間に保持し、各スクリーバドルを回転させることによって被処理物を押出しながら攪拌し加熱する装置であることが好ましい。このような装置として、例えば特開平6-23253号公報に開示されたスクリー型加熱冷却装置を用いることができる。このスクリー型加熱冷却装置は、互いに異なる方向に回転する一対のスクリーシャフトのスクリーバドルを噛み合うように配置し、各スクリーバドルに被処理物の滞留部となる切欠部が形成された減圧可能な密閉型の攪拌加熱装置である。切欠部はスクリーバドルの外周縁の所々に接線方向の弦状の切欠部として形成されている。またこの切欠部の回転方向の後方のスクリーバドルの外周面上にスクレーパ用の突起が設けられている。この連続式減圧脱溶剤装置は、スクリーシャフト及びスクリーバドルの表面と装置の内壁部の表面とから被処理物を加熱することができる。このため、スクリーシャフト及びスクリーバドルの内部及び装置内壁部の内部を加熱媒体が流通するように設計されている。このような連続式減圧脱溶剤装置は、例えば、株式会社栗本鉄工所製の「SCプロセッサ」（スクリー型バドル）として入手することができる。

【0023】また、本発明に用いる連続式減圧脱溶剤装置として、特開平2-258043号公報に開示されたような加熱型攪拌熱処理機を用いてもよい。この攪拌熱処理機は、例えば株式会社栗本鉄工所製の「SCプロセッサ」（扇型バドル）として入手することができる。

【0024】また本発明において用いられる連続式減圧脱溶剤装置は、タンデムに配置された複数の脱溶剤装置から構成されていてもよい。例えば、第1の連続式減圧脱溶剤装置と、第2の連続式減圧脱溶剤装置をタンデムに、すなわち直列に並べて配置して構成されていてもよい。この場合の第1の連続式減圧脱溶剤装置としては、例えば上記の「SCプロセッサ」のように一対のスクリーシャフト及びスクリーバドルを噛み合うように

して配置した減圧可能な密閉型の攪拌加熱装置を用いることができる。第2の連続式減圧脱溶剤装置としては、例えば互いに異なる方向にあるいは同じ方向に回転する一対のスクリーシャフトを備えた2軸押出機を用いることができる。このような2軸押出機としては、ベント孔を設けたものが好ましく、このベント孔から減圧して有機溶剤を揮発し除去できるものが好ましい。このような2軸押出機としては、従来よりプラスチックの混練及びプラスチックの押出成形に用いられている2軸押出機を用いることができる。

【0025】本発明においては、上記のようにして溶剤を除去した粉体塗料用原料を粉砕する。この粉砕工程は、粉体塗料の用途に応じて最適な粒度分布に粉砕するための工程である。この工程では、スーパーミキサー、ヘンシェルミキサー、ジェットミル等が代表的に用いられる。このような粉砕工程により得られる粉体塗料の平均粒径は5～30μmが好ましく、8～25μmがさらに好ましい。平均粒径が5μm未満の場合には、製造工程が複雑になる場合が多く、また、被塗装物に対する粉体塗料の塗着効率が低下するおそれがある。逆に、平均粒径が30μmを超える場合は、被塗装物の非平面部、例えば、凹形状部内への粉体塗料の入り込み易さが低下し、被塗装物全体に均一な膜厚の塗膜を付与するのが困難になったり、塗膜の外観が低下する場合がある。

【0026】

【発明の効果】本発明によれば、平滑性及び仕上がり外観に優れ、かつブロッキング性にも優れて粉体塗料を得ることができる。

【0027】

【発明の実施の形態】図1は、本発明に従う粉体塗料の製造装置の一例を示す構成図である。図1に示すように、樹脂溶剤調製槽1には、槽内の樹脂溶剤を攪拌するための攪拌機2が設けられている。また樹脂溶剤調製槽1内の樹脂溶剤を加熱するためのヒーター3が設けられている。樹脂溶剤調製槽1内で粉体塗料の原料であるバインダー樹脂、硬化剤、及び必要に応じて顔料その他の添加剤が有機溶剤中に添加される。

【0028】樹脂溶剤調製槽1内で調製された樹脂溶剤は供給ポンプ4により、供給導管10a及び10bを通り、投入口5aから連続式減圧脱溶剤装置5に供給される。連続式減圧脱溶剤装置5として、本実施形態では、株式会社栗本鉄工所製の「SCプロセッサ」（SCP-100、スクリー型バドル、スクリー径100mm、スクリー長さ900mm、伝熱面積1.0m²）が用いられている。この連続式減圧脱溶剤装置5は、互いに異なる方向に回転する一対のスクリーシャフトが設けられており、このスクリーシャフトのスクリーバドルが互いに噛み合うように配置されている。具体的には特開平6-23253号公報に開示されたスクリー加熱冷却装置の構造を有している。この連続式減圧脱

溶剤装置5には、熱媒加熱機6により加熱された加熱媒体が供給されており、スクリュシャフト及びスクリュバドルの内部並びに装置内壁部の内部を加熱媒体が流通することにより、スクリュシャフト及びスクリュバドルの表面並びに装置内壁部の表面で、供給された樹脂溶液が加熱される。また蒸気排出口5bには、蒸気排出管10cが接続されており、この蒸気排出管10cは凝縮器7に接続されている。この凝縮器7には冷却水8が通されており、有機溶剤が凝縮される。また凝縮器7には真空ポンプ9が接続されている。この真空ポンプ9により連続式減圧脱溶剤装置5内が所定の圧力に減圧されている。

【0029】以上のように、連続式減圧脱溶剤装置5内においては、減圧下に樹脂溶液が加熱されることにより、有機溶剤が樹脂溶液から除去され、樹脂溶液が所定の不揮発分濃度となるまで乾燥される。乾燥物は乾燥物排出口5cから排出され取り出される。

【0030】連続式減圧脱溶剤装置5から排出した樹脂は、必要に応じて所定の形状に成形して冷却固化した後、粉砕及び分級される。本実施形態では、樹脂溶液調製槽1から連続式減圧脱溶剤装置5に供給される樹脂溶液の温度が低下しないように、供給導管10a及び10bの配管の周りに保温材を設けている。

【0031】実施例1

図1に示す粉体塗料の製造装置を用いて、粉体塗料を製造した。粉体塗料のバインダー樹脂は、スチレン17、1重量部、メタクリル酸メチル20、2重量部、メタクリル酸γシジル20、5重量部、メタクリル酸nブチル10、6重量部に對し、開始剤としてのアゾビスイソブチロニトリル1、4重量部、溶剤としてのキシレン47、2重量部を用いて溶媒重合したものを用いた。この樹脂原料溶液を用いて、以下の配合で、図1に示す樹脂溶液調製槽1内で樹脂溶液を調製した。

【0032】

バインダー樹脂溶液	117重量部
ドデカンジカルボン酸	19重量部
ベンゾイン	0.5重量部
表面調整剤	0.5重量部
メタノール	67重量部

【0033】以上の配合で液温度40～60℃となるように樹脂溶液調製槽1内で樹脂溶液を加熱しつつ攪拌機2で攪拌しながら混合し、透明な樹脂溶液1を得た。得られた透明な樹脂溶液を供給ポンプ4により供給導管10a及び10bを通して、投入口5aから、連続式減圧脱溶剤装置5に供給した。供給ポンプ4及び供給導管10a及び10bは40～60℃に保温した。

【0034】連続式減圧脱溶剤装置5においては、処理量9kg/時間、スクリュ回転数10rpm、熱媒体温度100℃、真空度70Torrの条件下で、樹脂溶液を加熱し有機溶剤を除去した。乾燥物排出口5cから、

排出される乾燥物の不揮発分濃度は、表1に示す値であった。この乾燥物を粗粉機を用いて1～3mm以下の径のフレークにした後、気流式粉碎機を用いて平均径10μmの粉体に粉砕し分級した。

【0035】以上のようにして得られた粉体塗料は顔料を含有しておらず、アクリルリヤ粉体塗料として用いることができるものである。この粉体塗料を用いて静電吹付法により鋼板の上に塗布し、150℃で20分間焼付け、硬化塗膜を得た。得られた塗膜について、平滑性及び塗膜外観を評価した。

【0036】平滑性(Rmax)については、膜厚50μmの箇所を触針式粗度計で測定した。塗膜の仕上り外観については、肉眼で評価し、良好なものを○印、やや不良のものを△印、不良のものを×印とした。

【0037】また粉体のブロッッキング性については以下のようにして評価した。

ブロッッキング性

粉体塗料5gをサンプル瓶に入れ、30℃の解凍器に静置し、1週間後に粉体塗料の塊の状態を指でつまみ、以下の基準で評価した。

【0038】良好…塊があっても指でつかめないかあるいは塊を指でつかむことができるが容易に崩れる。不良…塊があり、指でつかむことができ、容易に壊れない。

ブロッッキング性、平滑性及び仕上り外観の評価結果を表1に示す。

【0039】実施例2

メタノールに代えてイソプロピルアルコール67重量部を用いる以外は、上記実施例1と同様にして粉体塗料を製造し、得られた粉体塗料について評価した。結果を表1に示す。

【0040】実施例3

メタノールに代えてメチルセロソルブ67重量部を用いる以外は、上記実施例1と同様にして粉体塗料を製造し、得られた粉体塗料について評価した。結果を表1に示す。

【0041】比較例1

実施例1において、乾燥物排出口5cから排出される乾燥物の不揮発分濃度を98、0重量%となるように、連続式減圧脱溶剤装置5の処理量、スクリュ回転数、熱媒体温度、及び真空度を調節する以外は、実施例1と同様にして粉体塗料を製造し、得られた粉体塗料について評価した。結果を表1に示す。

【0042】比較例2

粉体塗料用原料のバインダー樹脂としては、実施例1で用いたバインダー樹脂溶液中の溶剤を、実施例1で用いた連続式減圧脱溶剤装置を用いて溶剤を除去し、これを顆粒状の固形樹脂としたものを用いた。この固形樹脂に対して、以下の配合でブスコンーダー（ブス社製）を用いて溶融混練した。

【0043】

固形樹脂	70重量部
ドデカンジカルボン酸	19重量部
ベンゾイン	0.5重量部
表面調整剤	0.5重量部

【0044】上記のようにして溶融混練した樹脂を冷却

した後、粗砕機を用いて1～3mm以下の径のフレークにした後、気流式粉砕機を用いて平均径10 μ mの粉体に粉砕し分級した。得られた粉体塗料について、実施例1と同様にして評価した。結果を表1に示す。

【0045】

【表1】

	バインダー樹脂溶液の不揮発分濃度(重量%)	粉体塗料		塗 膜	
		不揮発分濃度(重量%)	均一性	Rmax(μ m)	仕上り外観
実施例1	44.0	99.5	良好	1.4	○
実施例2	44.0	99.3	良好	1.8	○
実施例3	44.0	99.1	良好	1.9	○
比較例1	44.0	98.0	不良	3.7	△
比較例2	—	99.5	良好	2.8	△

【0046】表1から明らかなように、本発明に従い不揮発分濃度98.5重量%以上となるように溶剤を除去した実施例1～3の粉体塗料は、比較例1の粉体塗料に比べ、ブロック性が良好であることがわかる。さらに、本発明に従う実施例1～3の粉体塗料は、従来の比較例2の粉体塗料に比べ、良好な平滑性及び仕上り外観を示すことがわかる。

【0047】図2は、本発明に従う粉体塗料の製造装置の他の例を示す模式図である。図2に示すように、樹脂溶液供給機11から、樹脂溶液が、供給導管10aを通り、連続式減圧脱溶剤装置5に供給される。樹脂溶液供給機11には、分散機14で湿式分散処理がなされた樹脂溶液が供給される。

【0048】本実施形態では、分散機14として、ガラスビーズを用いた模型媒体分散機であるビュアグレンミルPM-G4M(浅田鉄工株式会社製)を用いている。また樹脂溶液供給機11としては、高粘度及び高濃度液体用のポンプであるモノポンプNELS型(兵神装備株式会社製)を用いている。その他の構成は図1に示す粉体塗料製造装置と同様にして構成されている。

【0049】実施例4

実施例1と同様のバインダー樹脂溶液を調整し、これに、硬化剤としてのドデカンジカルボン酸、及び下記に示すような他の添加剤及び有機溶剤を下記の配合割合で添加し、図2に示す分散機14による湿式分散処理を行った。

【0050】

バインダー樹脂溶液	117重量部
ドデカンジカルボン酸	19重量部
ベンゾイン	0.5重量部
表面調整剤	0.5重量部

キシレン

20重量部

なお、硬化剤であるドデカンジカルボン酸は、上記溶剤であるキシレンに対し実質的にほとんど溶解しない。

【0051】以上のようにして得られた樹脂溶液を、図2に示すように、分散機14から樹脂溶液供給機11に投入し、連続式減圧脱溶剤装置5に供給した。連続式減圧脱溶剤装置5では、処理量8.4kg/時間、スクリー回転数18rpm、熱媒体温度100℃、真空度40Torrの条件で脱溶剤を行った。

【0052】連続式減圧脱溶剤装置5から排出された乾燥物の固形分濃度は99.5重量%であった。得られた乾燥物を用いて、実施例1と同様にしてこれを粉砕及び分級し、得られた粉体塗料を用いてその塗膜を評価した。粉体塗料のブロック性、及び塗膜の評価結果を表2に示す。

【0053】実施例5

連続式減圧脱溶剤装置5の脱溶剤の条件を、処理量9.6kg/時間、スクリー回転数20rpm、熱媒体温度80℃、真空度15Torrとする以外は、上記実施例4と同様にして粉体塗料を製造し、評価した。評価結果を表2に示す。

【0054】比較例3

連続式減圧脱溶剤装置5の乾燥物排出口5cから排出される乾燥物の不揮発分濃度が98.1重量%となるように、連続式減圧脱溶剤装置5の処理量、スクリー回転数、熱媒体温度、及び真空度を調整する以外は、上記実施例4と同様にして粉体塗料を製造し評価した。評価結果を表2に示す。

【0055】

【表2】

	バインダー樹脂溶液の不揮発分濃度(重量%)	粉体塗料		塗膜	
		不揮発分濃度(重量%)	フロー性	Rmax(μm)	仕上り外観
実施例4	57.2	99.5	良好	1.9	○
実施例5	57.2	99.3	良好	2.1	○
比較例3	57.2	98.1	不良	4.2	△

【0056】表2から明らかなように、本発明に従い不揮発分濃度が98.5%以上となるように溶剤を除去して得られた実施例4及び5の粉体塗料は、比較例3の粉体塗料に比べ、良好なフロー性を示すことがわかる。また本発明に従う実施例4及び5の粉体塗料は、良好な平滑性及び良好な仕上り外観を示すことがわかる。

【0057】図3は、本発明に従う粉体塗料の製造装置のさらに他の例を示す模式図である。図3に示すように、この製造装置においては、連続式減圧脱溶剤装置として、第1の連続式減圧脱溶剤装置5と、第2の連続式減圧脱溶剤装置13が設けられている。これらの連続式減圧脱溶剤装置5及び13は、タンデムに配置されており、連続式減圧脱溶剤装置5から排出された乾燥物は、接続配管12を通り、第2の連続式減圧脱溶剤装置13に供給される。ここでさらに有機溶剤が除去され乾燥される。第2の連続式減圧脱溶剤装置13からの乾燥物は、乾燥物排出口13aから排出される。本実施形態において、第1の連続式減圧脱溶剤装置5としては、図1及び図2に示す連続式減圧脱溶剤装置5と同様の「SCプロセッサ」が用いられている。第2の連続式減圧脱溶剤装置13としては、プラスチック2軸押出機「PCM30」（株式会社池貝製）が用いられている。

【0058】実施例6
実施例4と同様のバインダー樹脂溶液を調整し、このバインダー樹脂溶液を樹脂溶液供給機11に供給した。連続式減圧脱溶剤装置5における脱溶剤処理の条件としては、処理量10.5kg/時間、スクリー回転数20rpm、熱媒体温度90℃、真空度70Torrとした。第1の連続式減圧脱溶剤装置5から排出される第1の乾燥工程後の乾燥物の不揮発分濃度は99.0重量%

であった。

【0059】第2の連続式減圧脱溶剤装置13の脱溶剤処理の条件としては、熱媒体温度80℃、真空度5Torrとした。第2の連続式減圧脱溶剤装置13から排出された乾燥物の不揮発分濃度は99.6重量%であった。この乾燥物は、上記実施例1と同様にして粉碎及び分級し、粉体塗料とした後、上記実施例1と同様にして評価した。評価結果を表3に示す。

【0060】実施例7

バインダー樹脂溶液として、実施例1と同様のものを用い、上記実施例6と同様にして粉体塗料を製造し評価した。評価結果を表3に示す。

【0061】比較例4

第1の連続式減圧脱溶剤装置5から排出された乾燥物の不揮発分濃度を96.0重量%とし、第2の連続式減圧脱溶剤装置13から排出された不揮発分濃度を98.0重量%とするように、それぞれの脱溶剤装置における脱溶剤処理の条件を調整する以外は、上記実施例6と同様にして粉体塗料を製造し評価した。評価結果を表3に示す。

【0062】比較例5

第1の連続式減圧脱溶剤装置5から排出された乾燥物の不揮発分濃度を95.0重量%とし、第2の連続式減圧脱溶剤装置13から排出された不揮発分濃度を97.9重量%とするように、それぞれの脱溶剤装置における脱溶剤処理の条件を調整する以外は、上記実施例7と同様にして粉体塗料を製造し評価した。評価結果を表3に示す。

【0063】

【表3】

	バインダー樹脂溶液の不揮発分濃度(重量%)	粉体塗料		塗膜	
		不揮発分濃度(重量%)	フロー性	Rmax(μm)	仕上り外観
実施例6	57.2	99.6	良好	1.8	○
実施例7	44.0	99.6	良好	1.3	○
比較例4	57.2	98.0	不良	4.3	△
比較例5	44.0	97.9	不良	3.9	△

【0064】表3の結果から明らかなように、本発明に従い不揮発分濃度98.5%以上となるように溶剤を除去して得られた実施例6及び7の粉体塗料は、比較例4及び5の粉体塗料に比べ、ブロッキング性において良好であることがわかる。また実施例6及び7の粉体塗料は、平滑性及び仕上り外観においても良好な塗膜が得られることがわかる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に従う粉体塗料製造装置の一例を示す模式図。

【図2】本発明に従う粉体塗料製造装置の他の例を示す模式図。

【図3】本発明に従う粉体塗料製造装置のさらに他の例を示す模式図。

【符号の説明】

1…樹脂溶液調製槽

2…攪拌機

3…ヒータ

4…供給ポンプ

5…連続式減圧脱溶剤装置

5a…投入口

5b…蒸気排出口

5c…乾燥物排出口

6…熱媒加熱機

7…凝縮機

8…冷却水

9…真空ポンプ

10a、10b…供給導管

10c…排出導管

11…樹脂溶液供給機

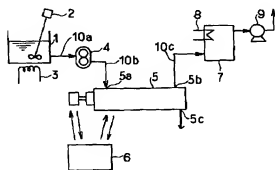
12…接続配管

13…第2の連続式脱溶剤装置

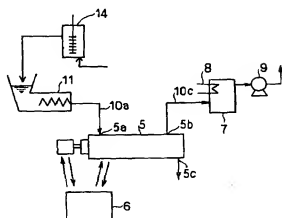
13a…乾燥物排出口

14…分散機

【図1】



【図2】



【図3】

